

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

DERWENT-ACC-NO: 1992-044537

DERWENT-WEEK: 199206

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Corrosion resistant aluminium alloy parts for mfg.
semiconductors - with anodically oxidised surface film
impregnated with chromium, yttrium, zirconium and/or
magnesium ions and fired to form oxide film

PATENT-ASSIGNEE: SUMITOMO ELECTRIC IND CO[SUME]

PRIORITY-DATA: 1990JP-0089868 (April 3, 1990)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO | PUB-DATE | LANGUAGE | PAGES |
|---------------|-------------------|----------|-------|
| MAIN-IPC | | | |
| JP 03287797 A | December 18, 1991 | N/A | 000 |
| N/A | | | |

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO | APPL-DESCRIPTOR | APPL-NO | APPL-DATE |
|--------------|-----------------|----------------|-----------|
| JP 03287797A | N/A | 1990JP-0089868 | April 3, |
| 1990 | | | |

INT-CL (IPC): C25D011/18

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 03287797A

BASIC-ABSTRACT:

A corrosion-resistant member made of an Al(-alloy) has an anodically oxidised surface film impregnated with Cr, Y, Zr, and/or Mg ions, and then fired to produce oxides of the ion impregnated in the film.

The corrosion-resistant member pref. has on the outer surface an oxide ceramic insulator film, produced by coating the member with a ceramic precursor soln. (comprising a polymerisable metallorganic cpd.,) or by dipping the member into the soln., and then heat treating the coated member. The polymerisable metallorganic cpd. is a metal alkoxide or a carboxylic salt of a metal; more pref., of Si, Al, Y, Zr, and/or Mg.

USE/ADVANTAGE - Provides corrosion-resistant members and cables for use in appts. for mfg. semiconductor devices in which corrosive gas is used, or in vacuum plants and the like.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: CORROSION RESISTANCE ALUMINIUM ALLOY PART MANUFACTURE
SEMICONDUCTOR ANODE OXIDATION SURFACE FILM IMPREGNATE CHROMIUM
YTTRIUM ZIRCONIUM MAGNESIUM ION FIRE FORM OXIDE FILM

DERWENT-CLASS: A32 L03 M14

CPI-CODES: A12-E07C; L04-D; M11-E01;

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0059 0071 0077 0179 0202 0231 1311 1996 3267 3279 3316 3317

Multipunch Codes: 014 04- 05- 06- 07& 08- 09- 153 18& 20- 229 23& 230 231 236
431 477 54& 57& 58& 623 627 678 720 007 007 017 020 023 131 199 326 327 331 331

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1992-019638

⑫ 公開特許公報(A) 平3-287797

⑮ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)12月18日

C 25 D 11/18

3 0 8

7179-4K

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全3頁)

⑭ 発明の名称 耐食部材

⑯ 特 願 平2-89868

⑰ 出 願 平2(1990)4月3日

⑱ 発 明 者 稲 澤 信 二 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

⑲ 発 明 者 澤 田 和 夫 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

⑳ 発 明 者 山 田 浩 一 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

㉑ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

㉒ 代 理 人 弁理士 深見 久郎 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

耐食部材

2. 特許請求の範囲

(1) アルミニウムまたはアルミニウム合金の表面を陽極酸化させて形成した耐食性の酸化皮膜を有する耐食部材であって、前記陽極酸化皮膜中に、クロムイオン、イットリウムイオン、ジルコニウムイオンおよびマグネシウムイオンからなる群より選ばれた少なくとも一種のイオンを含浸させた後、焼成を行なうことにより、前記陽極酸化皮膜中に含浸させたイオンの酸化物を形成させたことを特徴とする耐食部材。

(2) 請求項1からなる耐食部材の外層に、重合性有機金属化合物からなるセラミックス前駆体の溶液を浸漬もしくは塗布した後、加熱処理することにより、酸化物セラミックスの絶縁膜を形成させたことを特徴とする耐食部材。

(3) 前記重合性有機金属化合物が、金属アルコキシドまたは金属のカルボン酸塩である請求

項2に記載の耐食部材。

(4) 前記重合性有機金属化合物が、珪素、アルミニウム、イットリウム、ジルコニウムおよびマグネシウムからなる群より選ばれた少なくとも一種の金属を含むことを特徴とする請求項2に記載の耐食部材。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は、腐食性ガスを使用する半導体製造装置や真空プラント等に使用する耐食性の部材および電線などに関するものである。

〔従来の技術および発明が解決しようとする課題〕

アルミニウムおよびアルミニウム合金は、比較的耐食性に優れている。しかし、これらを半導体製造装置中や真空プラント中で、電線や各種の部材として用いると、化学蒸着法等で使用する低融点金属の腐食性蒸気や腐食性の高い無機ハロゲン化合物ならびに有機金属化合物の原料ガス等によって、腐食が早期に進行し、クラックが成長する。このため、電線や各種の部材に陽極酸化処理を施

することが試みられている。これは、処理を施すことによって電線や各種の部材に陽極酸化皮膜を形成させ、この皮膜によって腐食の進行を食い止めようとするものである。陽極酸化では、通常の方法に従い、これらの金属を希硫酸等の電解質水溶液中に浸漬し、アノード分極する。しかしながら、このようにして陽極酸化皮膜を形成させた電線および各種の部材は、耐食性の向上が若干見られるものの十分な耐食性を備えたものではなかった。

それゆえに、この発明の目的は、アルミニウムまたはアルミニウム合金を用いた電線や各種の部材において、低融点金属の腐食性蒸気、腐食性の高い無機ハロゲン化合物および有機金属化合物などに対する十分な耐食性を備えた耐食部材を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

請求項1に従う耐食部材は、アルミニウムまたはアルミニウム合金の表面を陽極酸化させて形成した耐食性の酸化皮膜を有する耐食部材であって、陽極酸化皮膜中に、クロムイオン、イットリウム、

溶液に金属アルコキシドを添加したものである。また、必要に応じてこれに水および触媒を添加する。金属アルコキシドとしては、たとえば、金属のエトキシド、プロポキシドおよびブトキシド等がよく用いられる。一方、金属のカルボン酸塩を用いる場合、セラミックス前駆体の溶液は、金属のカルボン酸塩を適当な有機溶媒に溶解したものである。このタイプの前駆体溶液を用いる方法では、浸漬もしくは塗布後に加熱して熱分解することによりセラミックスを生成させていく。このため、用いる重合性有機金属化合物の分解温度は、その沸点あるいは昇華点よりも低いことが必要である。金属のカルボン酸塩として具体的には、たとえば、ナフテン酸、カプリル酸、ステアリン酸およびオクチル酸の金属塩が好ましい。

また、重合性有機金属化合物は、珪素、アルミニウム、イットリウム、ジルコニウムおよびマグネシウムからなる群より選ばれた少なくとも一種の金属を含むものが好ましい。

【作用】

ジルコニウムイオンおよびマグネシウムイオンからなる群より選ばれた少なくとも一種のイオンを含浸させた後、焼成を行なうことにより、陽極酸化皮膜中に含浸させたイオンの酸化物を形成させたことを特徴としている。

請求項2に従う耐食部材は、請求項1からなる耐食部材の外層に、重合性有機金属化合物からなるセラミックス前駆体の溶液を浸漬もしくは塗布した後、加熱処理することにより、酸化物セラミックスの絶縁膜を形成させたことを特徴としている。

酸化物セラミックスの絶縁膜はほとんどすべての金属酸化物系セラミックスによって形成できるが、その材質について例を挙げれば、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 ZrO_2 、 TiO_2 および MgO 等がある。

また、重合性有機金属化合物として、金属アルコキシドまたは金属のカルボン酸塩を用いることが好ましい。金属アルコキシドを用いる場合、セラミックス前駆体の溶液は、アルコール等の有機

陽極酸化皮膜中にクロムイオン、イットリウムイオン、ジルコニウムイオンおよびマグネシウムイオンのうち少なくとも一種を含浸させ加熱処理すると、被膜中に入り込んだイオンは、酸化されながら陽極酸化皮膜と良好に結合し、構造に欠陥の少ない $(\text{Al}, \text{Cr})_2\text{O}_3$ の固溶体を形成する。この欠陥の少ない構造が、耐食性を向上させると考えられる。

また、陽極酸化皮膜中に含浸イオンの酸化物を分散させた後、セラミックス前駆体の溶液を浸漬もしくは塗布して加熱処理することにより酸化物セラミックスの絶縁膜を形成すれば、耐食部材に高い絶縁性を付与することができるほか、元来多孔性である陽極酸化皮膜を緻密化し耐食性もさらに向上する。

【実施例】

線径2mmφの純アルミニウム線1mを温度を10℃に保持した15重量%希硫酸中に浸漬しアルミニウム基材に正の電圧を印加して浴電流密度50A/dm²で2分間陽極酸化した。この線材

には、陽極酸化皮膜が約 $10\mu\text{m}$ 程度形成した。
次に、20重量%の三酸化クロムの水溶液中に10分程度浸漬した後、 150°C の熱風で乾燥した。浸漬および 150°C の乾燥の工程を5回行った後、その線材をさらに酸素気流中 500°C で乾燥した。

この線材の表面をエネルギー分散型蛍光X線分光分析装置で分析したところ表面組成は、 $\text{Al}=84\text{atom}\%$ 、 $\text{Cr}=16\text{atom}\%$ であった。この線材を、 10mm Torr のガリウム分圧で制御された容器内に30時間放置した後、線材表面に存在する腐食孔の深さを横断面観察より求めたところ、平均値で $2\mu\text{m}$ であった。また比較のため、陽極酸化を行なう前の純アルミニウム基材と、クロム酸含浸前の陽極酸化したアルミニウム基材を同様の腐食環境下に30時間放置したところ、純アルミニウム基材に関しては腐食孔の深さは $10\mu\text{m}$ 程度であり、陽極酸化アルミニウムに関しては陽極酸化皮膜中に $5\mu\text{m}$ の腐食孔が観測された。このようにこの発明の耐食アルミニウム線は、良好な耐食性を有していた。

また、陽極酸化皮膜中に酸化クロムを形成させた耐食電線を、テトラブチルオルトシリケート8モル%、水32モル%、エタノール60モル%混合した溶液に、1.2Nの濃硝酸をテトラブチルオルトシリケートに対し100分の1モル添加し 70°C で2時間加熱攪拌することにより得た液に浸漬した後、 400°C で10分間加熱する工程を10回繰返し、最後に 500°C 酸素気流中で10分間加熱を行なった。

このようにして耐食電線上に酸化珪素の絶縁膜が $5\mu\text{m}$ 程度形成された。以上のようにして得られた耐食電線は絶縁破壊電圧が600Vであり、さらに直径5cmの円筒にこの絶縁被覆電線を巻きつけても被覆に何ら亀裂が発生しないものであった。この線材を、 10mm Torr のガリウム分圧で制御された容器内に30時間放置したが、線材表面に存在する腐食孔はほとんど観測されなかった。

〔発明の効果〕

以上説明したように、この発明は耐食性に非常

に優れたものである。したがって、この発明を、半導体製造装置中や真空プラント中で低融点金属の腐食性蒸気や腐食性の高い無機ハロゲン化物ならびに有機金属化合物等にさらされる部材に使用すれば有効である。

特許出願人 住友電気工業株式会社

代理人 弁理士 深見久郎

(ほか2名)



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-287797

(43)Date of publication of application : 18.12.1991

(51)Int.Cl.

C25D 11/18

(21)Application number : 02-089868

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 03.04.1990

(72)Inventor : INASAWA SHINJI

SAWADA KAZUO

YAMADA KOICHI

(54) CORROSION RESISTANT MEMBER

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a corrosion resistant member having satisfactory corrosion resistance even to a highly corrosive organometallic compd. by impregnating ions of one or more among Cr, Y, Zr and Mg into an anodic oxide film formed on the surface of Al (alloy) and forming the oxides of the ions by calcination.

CONSTITUTION: Ions of one or more among Cr, Y, Zr and Mg are impregnated into a corrosion resistant oxide film formed on the surface of an Al (alloy) member by anodic oxidation by immersing the member in an aq. soln. of CrO₃, etc., and the oxides of the ions are formed by calcination to obtain a member having satisfactory corrosion resistance. This member is suitable for use as a member exposed to corrosive vapor of a low m.p. metal, a highly corrosive inorg. halide or organometallic compd. in a semiconductor producing device using corrosive gas or in a vacuum plant.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office